

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-016597

(43)Date of publication of application : 21.01.1992

(51)Int.Cl.

C30B 29/36
C30B 23/02
H01L 21/203

(21)Application number : 02-120859

(71)Applicant : SHARP CORP

(22)Date of filing : 09.05.1990

(72)Inventor : FURUKAWA MASAKI
SUZUKI AKIRA
FUJII YOSHIHISA**(54) PRODUCTION OF SILICON CARBIDE SINGLE CRYSTAL****(57)Abstract:**

PURPOSE: To obtain a high-grade single crystal at a relatively low temp. by preparing a substrate (off-angle substrate) made of a hexagonal silicon carbide single crystal and having a growth surface whose orientation has been inclined in a specified direction and growing a single crystal by a sublimation recrystallization method with the substrate as a seed crystal.

CONSTITUTION: A substrate (off-angle substrate) made of a hexagonal silicon carbide single crystal and having a principal growth surface whose orientation has been inclined from [0001] direction is prepd. A silicon carbide single crystal is grown by a sublimation recrystallization method with the off-angle substrate as a seed crystal.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

#7195

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-16597

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成4年(1992)1月21日

C 30 B 29/36
23/02
H 01 L 21/203

A 7158-4G
7158-4G
Z 7630-4M

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 炭化珪素単結晶の製造方法

⑯ 特 願 平2-120859

⑰ 出 願 平2(1990)5月9日

⑱ 発 明 者 古 川 勝 紀 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シャープ株式会社
内
⑱ 発 明 者 鈴 木 彰 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シャープ株式会社
内
⑱ 発 明 者 藤 井 良 久 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シャープ株式会社
内
⑲ 出 願 人 シャープ株式会社 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号
⑳ 代 理 人 弁理士 山本 秀策

明 細 書

1. 発明の名称

炭化珪素単結晶の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 種結晶を用いた昇華再結晶法によって炭化珪素の単結晶を成長させる工程を包含する、炭化珪素単結晶の製造方法であって、

該種結晶が六方晶系の炭化珪素単結晶からなり、その主要な成長面方位が〔0001〕方向から傾斜している、

炭化珪素単結晶の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は昇華再結晶法を用いて炭化珪素単結晶を成長させる方法に関する。

(従来の技術)

炭化珪素は広い禁制帯幅(2.2~3.3eV)を有する半導体材料である。また、熱的、化学的、および機械的に極めて安定であり、放射線損傷にも強いという優れた特徴を持っている。他方、珪素の

ような従来の半導体材料を用いた素子は、特に高温、高出力駆動、放射線照射などの苛酷な条件下では使用が困難である。したがって、炭化珪素を用いた半導体素子は、このような苛酷な条件下でも使用し得る半導体素子として広範な分野での応用が期待されている。

しかしながら、大きい面積を有する高品質の炭化珪素単結晶を、生産性を考慮した工業的規模で安定に供給し得る結晶成長技術は、いまだ確立されていない。それゆえ、炭化珪素は、上述のような多くの利点および可能性を有する半導体材料であるにもかかわらず、その実用化が阻まれている。

従来、研究室程度の規模では、例えば昇華再結晶法(レーリー法)で炭化珪素単結晶を成長させるか、あるいはこの方法により得られた炭化珪素単結晶を基板として用い、気相エピタキシャル成長法または液相エピタキシャル成長法により、この基板上に、さらに炭化珪素単結晶層を成長させて、半導体素子の試作が可能なサイズの炭化珪素単結晶を得ていた。

特開平4-16597(2)

しかしながら、これらの方法では、得られた単結晶の面積が小さく、その寸法および形状を高精度に制御することは困難である。また、炭化珪素が有する結晶多形および不純物濃度の制御も容易ではない。

これらの問題点を解決するために、種結晶を用いて昇華再結晶を行う改良型のレーリー法が提案されている (Yu. M. Tairov and V. F. Tsvetkov, J. Crystal Growth, 52(1981), pp. 146-150)。この方法を用いれば、結晶多形および形状を制御しながら、炭化珪素単結晶を成長させることができる。(発明が解決しようとする課題)

改良型のレーリー法では、特殊な条件を除いて、炭化珪素の単結晶は種結晶の成長面方位をほぼ受け継いで成長する。例えば、成長面が(0001)面であるような炭化珪素単結晶からなる基板(すなわち、SiC(0001)基板)を種結晶に用いた場合、この基板上に成長した炭化珪素単結晶の主要な表面には、やはり(0001)面が現れる。得られた炭化珪素単結晶は、表面平坦性に優れており、大きなサイ

ズの炭化珪素単結晶を得るための基板として使用される。

しかしながら、各種の半導体装置を製作する場合に、気相エピタキシャル成長法または液相エピタキシャル成長法を用いて、この基板上に炭化珪素単結晶層を成長させると、表面平坦性の悪い成長層しか得られない。複数の半導体層を順次積層させてpn接合やヘテロ接合を形成する場合、各成長層の表面平坦性が悪いと、接合部分での電気的特性が劣り、製作された半導体装置の特性に大きな悪影響を及ぼすことになる。

また、レーリー法によって炭化珪素の単結晶を成長させようとする、2,000℃以上の高温が必要である。しかし、このような高温で成長を行うと、多量の不純物キャリアが混入するので、高純度の単結晶が得られない。

本発明は上記従来の問題点を解決するものであり、その目的とするところは、不純物キャリアの混入が少なく高純度の炭化珪素単結晶を、昇華再結晶法により、2,000℃以下の比較的低温で再現性

よく製造し得る炭化珪素単結晶の製造方法を提供することにある。

(課題を解決するための手段および作用)

本発明による炭化珪素単結晶の製造方法は、種結晶を用いた昇華再結晶法によって炭化珪素の単結晶を成長させる工程を包含し、この種結晶が六方晶系(6H型)の炭化珪素単結晶からなり、その主要な成長面方位が[0001]方向から傾斜しており、そのことにより上記目的が達成される。

本発明の製造方法では、炭化珪素の単結晶を成長させるのに、種結晶を用いた昇華再結晶法である改良型のレーリー法を採用している。種結晶としては、六方晶系の炭化珪素単結晶からなる基板、特に主要な成長面方位が所定方向に傾斜した基板(いわゆる、オフアングル基板)が使用される。

基板の成長面方位は[0001]方向から何れの方向に傾斜していてもよいが、[11 $\bar{2}$ 0]方向へ傾斜していることが好ましい。得られた炭化珪素単結晶を成長用基板として用いて、気相エピタキシャル成長法または液相エピタキシャル成長法により、

この基板上に炭化珪素単結晶層を成長させた場合には、表面平坦性に優れた成長層が得られるからである。なお、基板の成長面方位の傾斜角度は、1〜10度の範囲内であることが望ましい。

上記のオフアングル基板上に成長した炭化珪素単結晶は、その主要な表面の面方位が基板と同じ方向に傾斜している(すなわち、基板と同じオフアングルを有する)。例えば、基板の主要な成長面方位が[0001]方向から[11 $\bar{2}$ 0]方向へ傾斜している場合には、得られた炭化珪素単結晶の主要な表面の面方位も同様に[0001]方向から[11 $\bar{2}$ 0]方向へ傾斜している。したがって、この炭化珪素単結晶を成長用基板として用いれば、オフアングルを設ける必要がない。

本発明の製造方法では、オフアングル基板を用いることにより、炭化珪素単結晶の成長温度が低下する。成長温度が低くなると、不純物キャリアの混入が低減し、高純度の炭化珪素単結晶が得られる。なお、成長温度は他の条件(成長室内の真空度、キャリアガスの流量など)によって変化する。

特開平4-16597(3)

るが、一般的には、2,000℃以下の低い温度で、炭化珪素単結晶を成長させることができる。

(実施例)

以下に本発明の実施例について述べる。

第1図は、本発明の製造方法に従い、種結晶を用いた改良型のレーリー法によって炭化珪素単結晶を成長させる装置の一例である。まず、この結晶成長装置について簡単に説明する。

結晶成長は、種結晶として用いた炭化珪素単結晶基板1の上に、原料である炭化珪素粉末2を昇華再結晶させることにより行われる。種結晶の炭化珪素単結晶基板1は、黒鉛製坩堝3の蓋4の内面に取り付けられる。原料の炭化珪素粉末2は黒鉛製坩堝3の内部に充填されている。このような黒鉛製坩堝3は、二重石英管5の内部に、黒鉛製の支持棒6により設置される。黒鉛製坩堝3の周囲には、熱シールドのための黒鉛製フェールト7が設置されている。また、二重石英管5の外周囲にはワークコイル8が巻回されており、高周波電流を流すことにより黒鉛製坩堝3を所望の温度に

加熱することができる。

二重石英管5の上端には、ガスの流入口となる枝管9を備えたステンレス製チャンバー10が設けられている。他方、二重石英管5の下端には、ガスの排出口となる枝管11を備えたステンレス製チャンバー12が設けられている。ステンレス製チャンバー12には、真空ロータリーポンプ13が接続されており、二重石英管5の内部を所望の真空度に排気することができる。

次に、このような結晶成長装置を用いた炭化珪素単結晶の製造について具体的に説明する。

まず、種結晶として、成長面方位が[0001]方向から[11 $\bar{2}$ 0]方向に5度傾斜した六方晶系の炭化珪素単結晶からなる基板1を用意した。そして、この基板1を黒鉛製坩堝3の蓋4の内面に取り付けた。また、黒鉛製坩堝3の内部には、原料となる高純度の炭化珪素粉末2を充填した。炭化珪素粉末2としては、最大粒径が150 μ mであり、JIS粒度が#250のものを使用した。

次いで、原料を充填した黒鉛製坩堝3を、種結

晶を取り付けた蓋4で閉じ、黒鉛製の支持棒6により二重石英管5の内部に設置した。黒鉛製坩堝3の周囲は黒鉛製フェールト7で被覆した。そして、雰囲気ガスとしてアルゴン(Ar)ガスを、ステンレス製チャンバー10の枝管9から二重石英管5の内部へ流した。Arガスの流量は1ℓ/分に設定した。また、ワークコイル8に高周波電流を流して黒鉛製坩堝3を加熱し、基板1の温度が1,800℃になるように調節した。

Arガスを流しながら、この温度を10分間保持した後、Arガスの流量を調整すると共に、真空ロータリーポンプ13を用いて、二重石英管5の内部を減圧した。この減圧は大気圧から10~100Torrの真空度まで10分間かけて徐々に行った。

そして、黒鉛製坩堝3を、1,800度の温度にて、10~100Torrの減圧下、3時間保持することにより、基板1上に約3mmの厚さの炭化珪素単結晶が成長した。なお、成長速度は約2mm/時間であった。

このようにして得られた炭化珪素単結晶をX線回折法により分析したところ、種結晶として用い

た炭化珪素単結晶基板と同様に、主要な表面の面方位が[0001]から[11 $\bar{2}$ 0]方向に5度傾斜した六方晶系の炭化珪素単結晶であることがわかった。また、得られた炭化珪素単結晶は、不純物キャリアの濃度が約 $10^{18}/\text{cm}^3$ 程度しかなく、比較的高純度であることがわかった。

さらに、この炭化珪素単結晶を成長用基板として用い、気相エピタキシャル成長法または液相エピタキシャル成長法により、この基板上に炭化珪素単結晶層を成長させたところ、表面平坦性に優れた成長層が得られた。

(発明の効果)

本発明の製造方法によれば、種結晶を用いた改良型のレーリー法により、良質の炭化珪素単結晶を、2,000℃以下の比較的低温で成長させることができる。得られた炭化珪素単結晶は、不純物キャリアの混入が少なく高純度であり、かつ種結晶と同じオフアングルを有する。

このような炭化珪素単結晶を成長用基板として用い、気相エピタキシャル成長法または液相エ

特開平4-16597(4)

第1図

タキシャル成長法により、この基板上に炭化珪素単結晶層を成長させれば、表面平坦性に優れた成長層が得られる。したがって、電気的特性に優れた炭化珪素半導体装置（例えば、電界効果トランジスタ（FET）、相補性モス集積回路（C-MOS）、および各種パワー素子など）を作製することが可能となる。しかも、上記のような炭化珪素単結晶が再現性よく得られるので、良質の炭化珪素単結晶を安定に供給し得る。したがって、電気的特性に優れた上記の各種炭化珪素半導体装置を工業的規模で歩留まりよく生産することが可能となる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の製造方法に用いられる結晶成長装置の一例を示す構成断面図である。

1…炭化珪素単結晶基板（種結晶）、2…炭化珪素粉末（原料）、3…黒鉛製坩堝、5…二重石英管、

以 上

出願人 シャープ株式会社

代理人 弁理士 山本秀策

